PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

04-011702

(43)Date of publication of application: 16.01.1992

(51)Int.CI.

H01F 1/08 H01F 1/113 H01F 41/02

(21)Application number: 02-112061

(71)Applicant:

YAMAUCHI CORP

(22)Date of filing: 28.04.1990 (72)Inventor:

FUKUYAMA YASUO HAYAKAWA KENICHI

FUJIOKA TERUO

(54) MANUFACTURE OF RESIN MAGNET

(57)Abstract:

PURPOSE: To eliminate need of a large-sized kneader, simplify processing with a signal process at a normal temperature and reduce a cost of a magnet by powder-mixing particulate synthetic resin powder and magnetic powder, compression-molding the mixture with or without a magnetic field applied and heating it. CONSTITUTION: As synthetic resin powder to be a binder, polymethyl methacrylate, styrene-methyl methacrylate copolymer, low-pressure polyethylene, phenol, etc., may be used wherein the particle diameter is approximately 0.1 to 30μm. Ferrite powder, rare earth.cobalt powder, alnico powder may be used as magnetic powder, wherein the particle diameter is approximately 0.1 to 500μm. By mixing such powder, particulates of synthetic resin are to be uniformly and electrically adsorbed to a surface of magnetic powder. In concrete, the powder mixture is compression-molded at a temperature of 2 to 20ton/cm2 for 2 to 10 seconds and heated to 50 to 250° C so that the resin powder is either melted or hardened to make a resin magnet.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

· ⑱日本国特許庁(JP)

① 特許出願公開

平4-11702 ⑫ 公 開 特 許 公 報 (A)

@Int. Cl. 5

識別記号

庁内整理番号

母公開 平成 4年(1992) 1月16日

H 01 F 41/02

7371-5E 7371-5E Α

2117-5E

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

樹脂磁石の製造法 ❷発明の名称

②特 顧 平2-112061

②出 頤 平2(1990)4月28日

京都府宇治市明星町 1 丁目20番46号 @発 明 個発 大阪府枚方市長尾谷町2丁目41番10号 輝 郎 大阪府枚方市東香里新町12番16号 個発 明 勿出 願 人 ヤマウチ株式会社 大阪府枚方市招提田近2丁目7番地 弁理士 岸本 瑛之助 00代 理 人 外3名

1. 発明の名称

樹脂磁石の製造法

2. 特許請求の範囲

微粒子化した合成樹脂粉末と磁性粉末とを粉 体混合し、得られた粉体混合物を、磁界を印加 しながらまたは印加することなく圧縮成形し、 加熱することを特徴とする、樹脂砥石の製造法。 3. 発明の詳細なが明

産業上の利用分野

この発明は、例えばテープレコーダー、ビデ オテープレコーダー等の精密音響機器、および モータのロータやステータなどに用いられる、 樹脂磁石の製造法に関するものである。

従来の技術

従来、この種の樹脂磁石を製造するには、射 出成形による方法が知られている。この従来法 によれば、合成樹脂粉末と磁性粉末との混合物 を、樹脂の軟化温度以上に加熱した後、混錬し、 混練物を射出成形するものである。

また従来、樹脂磁石を圧縮成形により製造す る方法も知られているが、この場合圧縮成形用 原料である磁性粉コンパウンドは、熱硬化性樹 鮨を溶剤に希訳し、これに磁性粉を浸漬するこ とにより、磁性粉と樹脂との均一分散を図った ものであった。

発明が解決しようとする課題

しかしながら、上記従来の前者の方法によれ ば、大型の湿線機を必要とし、大掛かりな工程 を経て原料を射出成形機に供給する必要があり、 ひいては樹脂砥石の製造コストが高くつくとい う問題があった。しかも射出成形時の原料の流 動性を良好な状態に維持するためには、どうし ても樹脂の配合量を多くする必要があり、これ では得られた樹脂磁石の磁気特性が低下すると いう問題があった。

また後者の方法によれば、樹脂磁石原料を得 るために乾燥によって溶剤を除去し、あるいは 回収し、また乾燥物を粉砕するといった工程が 必要であり、従って工程数が非常に多く、結局

特開平4-11702(2)

樹脂 磁石の製造が非常に面倒で、かつ設備費が高くつき、コスト高になるという問題があった。またとくに、溶剤に希釈した熱硬化性樹脂と磁性粉とよりなる磁性粉コンパウンドは、保存期間が限定され、通常これは非常に短いので、製品の品質の安定化を計ることができないという問題があった。

課題を解決するための手段

<u>アルニコ系、ネオジウムー鉄ーポロン系などの</u> <u>雄性粉末を使用する。</u>

磁性粉末の粒径は、通常の大きさのものであれば良く、例えばり、1~500ミクロンの大きさを有している。なお、合成樹脂粉末は、磁性粉末に対して約10分の1以下の粒径を有しているのが、望ましい。

微粒子化した合成樹脂粉末と磁性粉末とを粉体混合すると、得られる粉体混合物は、磁性粉末の表面に合成樹脂微粒子が環気的に均一に吸着する。

すなわち、一般に接触する二つの物体の表面には相互に異なる正または負の板件の拼電を示し、電気的に吸着し合うものであるが、この場合、いわゆる帯電列の位置の差により、合成樹脂粉末と世性粉末のうちのいずれか一方の表面に、負の荷電が帯電し、同他方の表面に、正の荷電が帯電して、両者は互いに電気的に吸着し合うものである。

また、帯電列中での位置が相互に離れている

この発明は、上記の目的を達成するために、 激粒子化した合成樹脂粉末と磁性粉末とを粉体 混合し、得られた粉体混合物を、磁界を印加しながらまたは印加することなく圧縮成形し、加 熱することを特徴とする、樹脂磁石の製造法を 要旨としている。・

上記合成樹脂粉末はバインダーとして用いられるもので、これには、例えばポリメタアクリル酸メチル、スチレンーメタアクリル酸メチル 共重合体、メタアクリル酸メチルーメタアクリル酸プチル共重合体、エチレンーアクリル共産合体、エチレンークリル共産合体、おりまたの無可塑性樹脂、およびフェノール、エポキシ、メラミン等のいわゆるB段階の無硬化性樹脂の粉末があげられる。ここで、微粒子化した合成樹脂粉末の粒径は、0.01~30ミクロンであり、好ましくは10ミクロン以下、望ましくは1ミクロン以下である。

また上記磁性粉末は、とくに限定されること なく、フェライト系、粉土類・コバルト系、

ものほど帯電量が多くなる傾向にあるので、合 成 樹脂 粉末と亜性粉末は、帯電列中での位置が 相互に離れているものを使用するのが好ましい。

なお、上記合成樹脂粉末の粒径が30ミクロンを越えて大きい場合には、磁性粉末との混合が均一に行なえず、得られる樹脂磁石の磁気特性が低下するなどの問題がある。

また粒径が 0.01ミクロン未満の合成樹脂 切 木は、 その 製造が 困難であるばかりか、あまり 細かすぎるために、 かえって 取扱いが面倒で あり、作業性が 近くなる。

上記微粒子化した合成樹脂粉末と 磁性粉末との配合割合は、合成樹脂粉末 0 . 1 ~ 2 0 重量%で は対して、磁性粉末と 9 9 . 9~8 0 重量%で あるが、合成樹脂粉末はできるだけ少ない方が、 得られる樹脂磁石の磁気特性が向上するので、 好ましく、10重量%以下、望ましくは5重量%以下であるのが、良い。

しかしながら、合成樹脂粉末が0.1重量% 未満であれば、少なすぎてバインダーとしての

特開平4-11702(3)

作用を充分に果たし得ないので、好ましくない。

微粒子化した合成樹脂粉末と磁性粉末との粉体混合物は、これを2~20ton/cfの高い圧力で、例えば2~10秒間圧縮成形したのち、加熱し、合成樹脂粉末を溶融ないしは硬化反応せしめて樹脂磁石を形成するものである。

ここで、加熱温度は、使用する合成樹脂粉末の種類によって異なるが、通常50~250℃である。

なお加熱は、通常、圧縮成形の後に行なうが、 圧縮成形と同時に加熱を行なうものとすれば、 単一の工程で樹脂磁石成形体を製造することが できるという利点がある。

また上記圧縮成形は、破界を印加することなく、あるいはまた例えば5000~50000 エルステッド(Oe)の磁界を印加しながら行なうものである。

磁界を印加することなく圧縮成形を行なった場合には、成形後、得られた樹脂・磁石成形体に、 適宜の着磁装置により着磁を施せば良い。

この粉体混合物を圧縮成形機の所定の金型内に充填し、磁界を印加しながらまたは印加することなく圧縮成形し、加熱して、上記樹脂磁石(1)を形成する。

第3図に、得られた樹脂磁石(1)の顧微鏡写 実の状態を図面化した拡大組織図を示す。同図 から分かるように、合成樹脂粉末(3A)が溶酸ないしは硬化反応することにより形成せれた合成 樹脂結合層(3B)が磁性粉末(2)の表面に均配に付 付着して、磁性粉末(2)相互をきわめて緊密に かつ強固に結合しており、従って磁性粉末(2) の細密充塡が可能となり、得られた樹脂磁石(1) は顕著にすぐれた磁気特性と物性を有するもの である。

なお、樹脂磁石の原料である合成樹脂粉末(3A)と磁性粉末(2)とよりなる粉体混合物は、単純に粉体同志の混合物であるため、これを長期間保存しても、品質に変化を生じることが非常に少なく、従って粉体混合物は、その保存期間が限定されず、樹脂磁石製品(1)の品質の安定

作用

図面を参照すると、この発明の方法によれば、 例えば第1図に示すようなリング状の関節磁石 (1)を製造することができる。 岗脂磁石(1)の 形状は、その他、板状、角形ブロック状など、 勿論任意である。

また、この発明の方法においては、微粒子化した合成樹脂粉末と磁性粉末とを単に粉体混合するだけで、樹脂磁石原料を得ることができるものである。この場合、従来のような大型の混練機を必要とせず、樹脂磁石原料を単一の工程で、しかも常温できわめて簡単にかつ作業性良く均一に混合することができる。

第2図に、合成切脂粉末(3A)および磁性粉末(2)の粉体混合物の顕微鏡写真の状態を図面化した拡大組織を示す。何図から分かるように、粉体混合物の合成樹脂粉末(3A)と磁性粉末(2)の表面に相互に異なる負および正の荷電が帯電することにより、磁性粉末(2)の表面に合成樹脂粉末(3A)が電気的に均一に吸着する。

化を計ることができるものである。

実 施 例

つぎに、この発明の実施例を比較例とともに 説明する。

実施例1および2

この発明の方法により第1図に示すリング状の樹脂礁石(I) を製造した。

すなわち、まずパリウムフェライト磁性粉末 (商品名GP-500、戸田工業株式会社製) ・285gと、ポリメタアクリル設メチル敵粉末 (粒径0.05~0.06ミクロン、帯電量-60マイクロクーロン/g、分子量50万)15g(従って樹脂粉末は5重量%)をブレンダー内に投入し、これらを均一になるまで約20分間混合した。

つぎに、得られた粉体混合物を圧縮成形機のリング状の金型内に充塡し、6 ton/cdの圧力で、15000 エルステッド (Oe)の印加磁界を印加しながら、および印加することなく、それぞれ5秒間圧縮成形し、ついで200で1時間加熱し、

特閒平4-11702(4)

ポリメタアクリル酸メチル微粉末を溶脱せしめ たのち、放冷して、リング状の着磁樹脂斑石 (実施例1) および未着磁の樹脂磁石成形体を 製造した。そして後者の未着磁の樹脂磁石成形 体については、所定の看破装置により6000エル ステッド(Qe)の印加磁界を印加して、 着磁を施 し、着磁樹脂磁石(実施例2)を得た。

つぎに、これらの樹脂磁石について、比重お よび曲げ強度 (kg/ma²) の物性と、最大エネ ルギー積 (BH) NAX 、 残留磁束密度 (Br) 、 実施例 4 保磁力 (_BH_C) および固有保磁力 (₁H_C) の磁気特性を測定し、得られた結果を、下表に まとめて示した。

なお曲げ強度は、JIS K6911 (積層 智、圧縮速度:5 sa/分)に準拠して測定した。 実施例3

ネオジウム系磁性粉末 (商品名MQパウダー A、ゼネラル・モーターズ社製) 3 9 2 g と、 実施例1と同じポリメタアクリル酸メチル微粉 末8g(従って樹脂粉末は2重量%)を使用し、

また圧縮成形を圧力4 ton/cmlとする外は、上記 実施例1の場合と全く同様に操作して、未着进 の樹脂雄石成形体を製造した。ついでこの未着 碓の樹脂礁石成形体について、所定の着磁装置 して、召雖を施し、召雖樹脂雖石を得た。

そして、得られた樹脂磁石について上記実施 例1の場合と同様に物性と磁気特性とを測定し、 得られた結果を下表にまとめて示した。

実施例1と同じバリウムフェライト磁性粉末 270gと、粉末状プェノール樹脂 (商品名べ ルパールS-890、粒径1~20ミクロン、 羅勒株式会社製)30g(従って、樹脂粉末は 10重量%)を使用する外は、上記実施例1の 場合と全く同様に操作して、未着磁の樹脂磁石 成形体を製造した。

ついでこの未着磁の樹脂磁石成形体について、 所定の着磁装置により6000エルステッド(Oe)の 印加磁界を印加して、若磁を施し、着磁樹脂磁

石を得た。

そして、得られた樹脂磁石について上記実施 例1の場合と同様に物性と磁気特性とを測定し、 得られた結果を下表にまとめて示した。

t. 92 61

比較のために、従来の射出成形法により樹脂 磁石を製造した。

まず、実施例1と同じバリウムフェライト磁 性粉末8kgと、粉末状ナイロン樹脂(商品名 ダイアミドL1626、ダイセル株式会社製) 2kg(従って樹脂含有量は20重量%)をヘン シェルミキサーで均一に混合する。ついでこの 混合物を200~250℃で混練し、ペレタイ ザーでインジェクション成形に適するように粒 状化する。

こうして得られた原料を230~250℃に 加熱したのち、70~100℃の金型内に入れ て、75~100㎏/パの圧力で射出成形する。 これを40~60kg/cmlで保圧した後、所定の 者 磁 装 讃 に よ り 6000エ ル ス テ ッ ド (0e)の 印 加 磁

界を印加して、若雖を施し、若雖樹脂雖石を得

また、得られた樹脂磁石について上記実施例 1の場合と同様に物性と磁気特性とを測定し、 得られた結果を下衷にまとめて示した。

	网有保健力	1 H C : KOc	2.10	2.16	18.0	2.34	2.10
	化细料	Br: KG BHC: KOo	1.90	1.20	5.2	1.11	0.80
はない。	我雷磁束密度	Вг: КС	2.40	1.46	5.7	1.41	1.0
#	別胎磁石 比型 曲げ鉄度 最大エネルギー粒	(BII) HAX : MGDe	1.35	0.48	0.23		
井	曲げ強度	kg/nm ²	2.00	00.2	2.88	1.60	2.85 12.37
47	I. T		3.40	3.40	5.49	2.97	2.85
	空配路元		火焰例1 3.40	北桅町2 3.40	実施例3 5.49	火炬的4	JC 62 BI

(クヒ) _1. 実施倒1のみ圧縮成形線で印加世界を印加しながら圧縮成形を行ない、 他の実施例2~4では、圧縮成形線で印加することなくĽ縮成形したのち、

得られた未治母の別用母石成形体に印加母界を印加して、智強を結した。 (法) 2. 曲げ独皮は、jis K6911 (数略弦、圧縮過度:5mm/分) に称形して測定した。

.
しかも磁性粉末に対する樹脂の配合量が非常に少なくてすむため、得られた樹脂磁石は顕著にすぐれた磁気特性と物性を有している。

また樹脂磁石の原料である合成樹脂物末と磁性粉末とよりなる物体混合物は、その保存期間が限定されず、従って、樹脂磁石製品の品質の安定化を計ることができるという効果を奏する。

第1 図は本発明の方法により製造された樹脂 磁石の斜視図、第2 図は本発明の製造法におい て合成樹脂粉末および磁性粉末の粉体混合物の 顕微鏡写真の状態を図面化した粉体混合物の拡 大組織図である。第3 図は本発明の方法により 製造された樹脂磁石の顕微鏡写真の状態を図面 化した樹脂磁石の拡大組織図である。

(1) … 树脂砥石、(2) … 磁性粉末、(3A)… 合成树脂粉末、(3B)… 合成树脂粘合層。

以上

特許出願人 ヤマウチ 株式会社 代 理 人 岸本 珠之助(外3名)



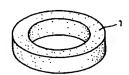
特開平4-11702(5)

上記表から明らかなように、この発明による 財胎磁石の製造法によれば、従来法に比べて顕著にすぐれた磁気特性を有する樹脂磁石を製造 することができるものである。

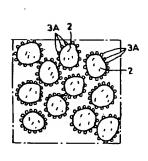
なお比較例において、樹脂磁石の曲げ強度の 数値が大きいのは、樹脂の配合量が多いからで ある。しかしこの場合には、相対的に樹脂磁石 の磁気特性が劣る結果となっている。

発明の効果

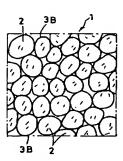
この発明による財脂の製造法は、上述のように、微粒子化した合成樹脂粉をを物をを動物を表し、得られた粉体混合物を、低端の形し、加熱することを特徴とするもので、、定線を明の方法によれば、従来のような大型の正程で、の発を必要とせず、樹脂の質ができている。とは変性が高いものである。



第1図



第2図



第3网

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

09-312207

(43)Date of publication of application: 02.12.1997

(51)Int.CI.

H01F 1/08 B22F 3/00 H01F 7/02 H01F 41/02

(21)Application number: 08-127538

(22)Date of filing:

22.05.1996

(71)Applicant:

SEIKO EPSON CORP

(72)Inventor:

IKUMA TAKESHI

AKIOKA KOJI SHIRAI ISATO

(54) COMPOSITION FOR RARE-EARTH BONDED MAGNET USE, RARE-EARTH BONDED MAGNET AND MANUFACTURE OF RARE-EARTH BONDED MAGNET

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a rare-earth bonded magnet, which is superior in moldability and has a low void constant, by a method wherein a composition for the rare- earth bonded magnet use contains rate-earth magnet powder and bonding resin powder and the mean particle diameters and densities of the respective powders are specified.

SOLUTION: A composition for rare-earth bonded magnet use contains rare- earth magnet powder and bonding resin powder. Moreover, it is preferable that the composition contains an antioxidant. Here, when the mean particle diameter and the density of the magnet powder are respectively set in D1 [μm] and ρ1 [g/cm3] and the mean particle diameter and the density of the resin powder are respectively set in D2 [μm] and ρ2 [g/cm3], the composition satisfies the formula. It is preferable that the addition amount of the antioxidant in the composition is set at 0.1 to 2wt%. Moreover, it is preferable that the content of the resin powder in the composition is set at 1 to 10wt%.

0. $0.2 \le (D_1 \rho_1) / (D_1 \rho_1) \le 2.0$

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

03.10.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection] [Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(51) Int.Cl. 6

(12) 公開特許公報(A)

庁内整理番号

FΙ

(11)特許出願公開番号

特開平9-312207

技術表示簡所

(43)公開日 平成9年(1997)12月2日

(OI) MICCI.	C. HETCHELL (1)				1.	义"的《文小四门
H01F 1/0	08	H01F	1/08		A	
B 2 2 F 3/0	00	B 2 2 F	3/00	:	F	-
H01F 7/0		H01F	7/02		A.	
41/0	2.1	4	1/02	•	G	
•		審査請求	未請求	請求項の数21	OL	(全 13 頁)
(21)出顧番号	特顯平8-127538	(71)出顧人	0000023	69		
(22)出顧日	平成8年(1996)5月22日	(72)発明者	東京都籍	ーエプソン株式会 所宿区西新宿 2 7 建		\$1号
				- 販訪市大和3丁目 ノン株式会社内	3番5	号 セイコ
	·	(72)発明者	秋岡 第	2治		
		;		販訪市大和3丁目 ノン <mark>株式会社内</mark>	3番5	号・セイコ
•		(72)発明者	白井 勇	勇人 ·		
	•	•	長野県都	取訪市大和3丁目	3番5	号・セイコ
	•	•	ーエブン	ノン株式会社内		
-		(74)代理人	弁理士	鈴木 喜三郎	G } 1	名)·
					•	

(54) 【発明の名称】 希土類ポンド磁石用組成物、希土類ポンド磁石および希土類ポンド磁石の製造方法

(57)【要約】

【課題】成形性に優れ、低空孔率であり、磁気特性、機械的強度、耐食性に優れた希土類ポンド磁石を得ることができる希土類ポンド磁石用組成物を提供すること。 【解決手段】本発明の希土類ボンド磁石用組成物は、希

識別記号

0. $0.2 \le (D_2 \rho_2) / (D_1 \rho_1) \le 20$ · · · (

【特許請求の範囲】

【請求項1】 希土類磁石粉末と結合樹脂粉末とを含む 希土類ボンド磁石用組成物であって、

前記希土類磁石粉末の平均粒径をD1 [μm]、密度を

0.
$$0.2 \le (D_2 \rho_2) / (D_1 \rho_1) \le 20$$

【請求項2】 希土類磁石粉末と結合樹脂粉末とを含む 混合物または該混合物を混練してなる希土類ポンド磁石 用組成物であって、

前記希土類磁石粉末の平均粒径をD1 [μm]、密度を

0.
$$0.2 \le (D_2 \rho_2) / (D_1 \rho_1) \le 2.0$$

【請求項3】 希土類磁石粉末と結合樹脂粉末とを含む 混合物を前記結合樹脂粉末の軟化温度以上の温度で混練 してなる希土類ボンド磁石用組成物であって、前記希土 類磁石粉末の平均粒径を D1 [μm]、密度を ρ1 [g/

0.
$$0.2 \le (D_2 \rho_2) / (D_1 \rho_1) \le 20$$

【請求項4】 さらに酸化防止剤を含む請求項1ないし3のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物。

【請求項5】 希土類ボンド磁石用組成物中の前記酸化 防止剤の含有量が、O. 1~2. Owt%である請求項4 に記載の希土類ボンド磁石用組成物。

【請求項6】 前記結合樹脂粉末の平均粒径 D₂ は、1 O~200μm である請求項1ないし5のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物。

【請求項7】 希土類ボンド磁石用組成物中の前記結合 樹脂粉末の含有量が、1~10vt%である請求項1ない し6のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物。

【請求項8】 前記希土類磁石粉末は、Smを主とする 希土類元素と、Coを主とする遷移金属とを基本成分と するものである請求項1ないし7のいずれかに記載の希 土類ボンド磁石用組成物。

【請求項9】 前記希土類磁石粉末は、R(ただし、RはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種)と、Feを主とする遷移金属と、Bとを基本成分とするものである請求項1ないし7のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物。

【請求項10】 前記希土類磁石粉末は、Smを主とする希土類元素と、Feを主とする遷移金属と、Nを主とする格子間元素とを基本成分とするものである請求項1ないし7のいずれかに記載の希土類ポンド磁石用組成物

【請求項11】 前記希土類磁石粉末は、請求項8、9 および10に記載の希土類磁石粉末のうちの少なくとも2種を混合したものである請求項1ないし7のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物。

【請求項12】 請求項1ないし11のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物を用いて製造されたことを 特徴とする希土類ボンド磁石。

【請求項13】 請求項1ないし11のいずれかに記載 の希土類ポンド磁石用組成物を用いて圧縮成形により製 造されたことを特徴とする希土類ポンド磁石。 ho1 $[g/cm^3]$ とし、前記結合樹脂粉末の平均粒径をD2 $[\mu m]$ 、密度をho2 $[g/cm^3]$ としたとき、下記式 (I) を満足することを特徴とする希土類ポンド磁石用組成物。

1)≦20 ...(1)

ho1 $[g/cm^3]$ とし、前記結合樹脂粉末の平均粒径をD2 $[\mu m]$ 、密度をho2 $[g/cm^3]$ としたとき、下記式 (I) を満足することを特徴とする希土類ボンド磁石用組成物。

 cm^3] とし、前記結合樹脂粉末の平均粒径を D_2 [μm]、密度を ρ_2 [g/cm^3] としたとき、下記式(I)を満足することを特徴とする希土類ボンド磁石用組成物。

) ≦20 ... (1)

【請求項14】 請求項1ないし11のいずれかに記載の希土類ポンド磁石用組成物を用いて成形圧が50kgf/mm² 以下の圧縮成形により製造されたことを特徴とする希土類ポンド磁石。

【請求項15】 空孔率が2.8 vol%以下である請求項12ないし14のいずれかに記載の希土類ポンド磁石。

【請求項16】 無磁場中で成形された場合の磁気エネルギー積(BH)max が4. 5MGOe以上である請求項12ないし15のいずれかに記載の希土類ポンド磁石。

【請求項17】 磁場中で成形された場合の磁気エネルギー積(BH)max が10MGOe以上である請求項12ないし15のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【請求項18】 請求項1ないし11のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物を製造し、この希土類ボンド磁石用組成物を用いて磁石形状に成形することを特徴とする希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項19】 請求項1ないし11のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物を製造し、この希土類ボンド磁石用組成物を用いて温間成形により磁石形状に成形することを特徴とする希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項20】 前記温間成形は、前記結合樹脂の軟化 温度以上の温度で行う請求項19に記載の希土類ポンド 磁石の製造方法。

【請求項21】 前記温間成形は、成形圧が50kgf/mm 2 以下の圧縮成形である請求項19または20に記載の 希土類ポンド磁石の製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0.001]

【発明の属する技術分野】本発明は、希土類ボンド磁石 用組成物、希土類ボンド磁石およびその製造方法に関す るものである。

[0002]

【従来の技術】希土類ボンド磁石は、希土類磁石粉末と 結合樹脂(有機パインダー)との混合物(コンパウン ド)を所望の磁石形状に加圧成形して製造されるものであるが、その成形方法には、圧縮成形法、射出成形法および押出成形法が利用されている。

【0003】圧縮成形法は、前記コンパウンドをプレス 金型中に充填し、これを圧縮成形して成形体を得、その 後、加熱して結合樹脂である熱硬化性樹脂を硬化させて 磁石を製造する方法である。この方法は、他の方法に比 べ、結合樹脂の量が少なくても成形が可能であるため、 得られた磁石中の樹脂量が少なくなり、磁気特性の向上 にとって有利である。

【0004】押出成形法は、加熱溶融された前記コンパウンドを押出成形機の金型から押し出すとともに冷却固化し、所望の長さに切断して、磁石とする方法である。この方法では、磁石の形状に対する自由度が大きく、薄肉、長尺の磁石をも容易に製造できるという利点があるが、成形時における溶融物の流動性を確保するために、結合樹脂の添加量を圧縮成形法のそれに比べて多くする必要があり、従って、得られた磁石中の樹脂量が多く、磁気特性が低下するという欠点がある。

【0005】射出成形法は、前記コンパウンドを加熱溶融し、十分な流動性を持たせた状態で該溶融物を金型内に注入し、所定の磁石形状に成形する方法である。この方法では、磁石の形状に対する自由度は、押出成形法に比べさらに大きく、特に、異形状の磁石をも容易に製造できるという利点がある。しかし、成形時における溶融物の流動性は、前記押出成形法より高いレベルが要求されるので、結合樹脂の添加量は、押出成形法のそれに比べてさらに多くする必要があり、従って、得られた磁石中の樹脂量が多く、磁気特性がさらに低下するという欠点がある。

[0006]

【発明が解決しようとする課題】ところで、以上のような各方法により製造される従来の希土類ポンド磁石は、

0. $0.2 \le (D_2 \rho_2) / (D_1 \rho_1) \le 20$

- 、(2) ・希土類磁石粉末と結合樹脂粉末とを含む混合物または該混合物を混練してなる希土類ボンド磁石用組成物であって、前記希土類磁石粉末の平均粒径を D_1 [μ m]、密度を ρ_1 [g/cm^3] とし、前記結合樹脂粉末の
- (3) 希土類磁石粉末と結合樹脂粉末とを含む混合物を前記結合樹脂粉末の軟化温度以上の温度で混練してなる希土類ボンド磁石用組成物であって、前記希土類磁石粉末の平均粒径をD1 [μm]、密度をρ1 [g/cm³]

0. $0.2 \le (D_2 \rho_2) / (D_1 \rho_1) \le 20$

- (4) さらに酸化防止剤を含む上記(1)ないし
- (3) のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物。

【0015】(5) 希土類ポンド磁石用組成物中の前記酸化防止剤の含有量が、0.1~2.0wt%である上記(4)に記載の希土類ポンド磁石用組成物。

【0016】(6) 前記結合樹脂粉末の平均粒径D2

空孔率が高いという欠点がある。特に、熱硬化性樹脂を 用いた場合には、空孔率が6%以上と高い値となる。そ のため、機械的強度が弱く、耐食性に劣るという欠点が ある。

【0007】本発明者による研究によれば、このような 高空孔率となる第1の原因は、成形に供される希土類ボ ンド磁石用組成物(コンパウンド)の組成、状態や製造 条件にあり、第2の原因は、成形条件にあることが判明 した。

【0008】例えば、従来のコンパウンドを用いた場合、圧縮成形において、成形性を向上し、磁石中の空孔率を下げるためには、その成形圧を高くする必要があるが、そのために圧縮成形機が大型となったり、磁場中での成形に不利となる等の欠点があり、成形の容易性が劣る。また、成形圧をある程度高くしても、コンパウンドの組成、状態や製造条件が不適当であれば、空孔率の低減にも限界がある。

【0009】本発明の目的は、成形性に優れ、低空孔率の希土類ポンド磁石およびこのような磁石を得ることができる希土類ポンド磁石用組成物ならびに希土類ポンド磁石の製造方法を提供することにある。

[0010]

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記(1)~(21)の本発明により達成される。

【 0 0 1 1】 (1) 希土類磁石粉末と結合樹脂粉末と を含む希土類ボンド磁石用組成物であって、前記希土類 磁石粉末の平均粒径を D1 [μm]、密度を ρ1 [g/cm 3]とし、前記結合樹脂粉末の平均粒径を D2 [μm

]、密度を ρ_2 [g/cm³] としたとき、下記式 (I) を満足することを特徴とする希土類ボンド磁石用組成物。

[0012]

) ≦20 · · · (1)

平均粒径をD2 [μm]、密度をρ2 [g/cm³] とした とき、下記式 (I) を満足することを特徴とする希土類 ポンド磁石用組成物。

[0013]

0. $0.2 \le (D_2 \rho_2) / (D_1 \rho_1) \le 2.0$ ··· (I)

とし、前記結合樹脂粉末の平均粒径を D_2 $[\mu m]$ 、密度を ρ_2 $[g/cm^3]$ としたとき、下記式 (I) を満足することを特徴とする希土類ボンド磁石用組成物。

[0014]

) ≦20 · · · (1)

は、 $10~200 \mu m$ である上記(1)ないし(5)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物。

【OO17】(7) 希土類ボンド磁石用組成物中の前記結合樹脂粉末の含有量が、1~10wt%である上記(1)ないし(6)のいずれかに記載の希土類ボンド磁

石用組成物。

【0018】(8) 前記希土類磁石粉末は、Smを主とする希土類元素と、Coを主とする遷移金属とを基本成分とするものである上記(1)ないし(7)のいずれかに記載の希土類ポンド磁石用組成物。

【0019】(9) 前記希土類磁石粉末は、R(ただし、RはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種) と、Feを主とする遷移金属と、Bとを基本成分とするものである上記(1)ないし(7)のいずれかに記載の希土類ポンド磁石用組成物。

【0020】(10) 前記希土類磁石粉末は、Smを主とする希土類元素と、Feを主とする遷移金属と、Nを主とする格子間元素とを基本成分とするものである上記(1)ないし(7)のいずれかに記載の希土類ポンド磁石用組成物。

【0021】(11) 前記希土類磁石粉末は、上記8、9および10に記載の希土類磁石粉末のうちの少なくとも2種を混合したものである上記(1)ないし(7)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物。

【0022】(12) 上記(1)ないし(11)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物を用いて製造されたことを特徴とする希土類ボンド磁石。

【0023】(13) 上記(1)ないし(11)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物を用いて圧縮成形により製造されたことを特徴とする希土類ボンド磁石。

【0024】(14) 上記(1)ないし(11)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物を用いて成形圧が50kgf/mm²以下の圧縮成形により製造されたことを特徴とする希土類ボンド磁石。

【0025】(15) 空孔率が2.8 vol%以下である 上記(12)ないし(14)のいずれかに記載の希土類ボン ド磁石。

【0026】 (16) 無磁場中で成形された場合の磁気エネルギー積 (BH) max が4.5 MGOe以上である上記 (12) ないし (15) のいずれかに記載の希土類ボンド磁石

【 O O 2 7 】 (17) 磁場中で成形された場合の磁気エネルギー積(BH) max が 1 O MGOe以上である上記 (12) ないし (15) のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【0028】(18) 上記(1)ないし(11)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物を製造し、この希土類ボンド磁石用組成物を用いて磁石形状に成形することを特徴とする希土類ボンド磁石の製造方法。

【0029】(19) 上記(1)ないし(11)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石用組成物を製造し、この希土類ボンド磁石用組成物を用いて温間成形により磁石形状に成形することを特徴とする希土類ボンド磁石の製造方法。

【 O O 3 O 】 (20) 前記温間成形は、前記結合樹脂の 軟化温度以上の温度で行う上記 (19) に記載の希土類ボ ンド磁石の製造方法。 【 O O 3 1 】 (21) 前記温間成形は、成形圧が 5 O kg f/mm² 以下の圧縮成形である上記 (19) または (20) に記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

[0032]

【発明の実施の形態】以下、本発明の希土類ボンド磁石 用組成物、希土類ボンド磁石および希土類ボンド磁石の 製造方法について詳細に説明する。

【0033】まず、本発明の希土類ボンド磁石用組成物について説明する。

【0034】本発明の希土類ボンド磁石用組成物は、以下のような希土類磁石粉末と結合樹脂粉末とを含む。さらに、以下のような酸化防止剤を含むのが好ましい。

【0035】1. 希土類磁石粉末

希土類磁石粉末としては、希土類元素と遷移金属とを含む合金よりなるものが好ましく、特に、次の [1] ~ [5] が好ましい。

【0036】 [1] Smを主とする希土類元素と、Coを主とする遷移金属とを基本成分とするもの(以下、Sm-Co系合金と言う)。

【0037】 [2] R(ただし、RはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種)と、Feを主とする遷移金属と、Bとを基本成分とするもの(以下、R-Fe-B系合金と言う)。

【0038】[3] Smを主とする希土類元素と、Feを主とする遷移金属と、Nを主とする格子間元素とを基本成分とするもの(以下、SmーFe-N系合金と言う)。

【0039】 [4] R(ただし、RはYを含む希土類元素のうち少なくとも1種)とFe等の遷移金属とを基本成分とし、ナノメーターレベルで磁性相を有するもの(以下、ナノ結晶磁石と言う)。

【0040】[5] 前記[1]~[4]の組成のもののうち、少なくとも2種を混合したもの。この場合、混合する各磁石粉末の利点を併有することができ、より優れた磁気特性を容易に得ることができる。

【0041】Sm-Co系合金の代表的なものとしては、SmCo5、Sm2 TM17 (ただしTMは、遷移金属) が挙げられる。

【0042】RーFeーB系合金の代表的なものとしては、NdーFeーB系合金、PrーFeーB系合金、NdーPrーFeーB系合金、CeーNdーFeーB系合金、CeーPrーNdーFeーB系合金、これらにおけるFeの一部をCo、Ni等の他の遷移金属で置換したもの等が挙げられる。

【0043】Sm-Fe-N系合金の代表的なものとしては、Sm2 Fe17合金を窒化して作製したSm2 Fe17N3 が挙げられる。

【0044】磁石粉末における前記希土類元素としては、Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、ミ

ッシュメタルが挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。また、前記遷移金属としては、Fe、Co、Ni等が挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。また、磁気特性を向上させるために、磁石粉末中には、必要に応じ、B、AI、Mo、Cu、Ga、Si、Ti、Ta、Zr、Hf、Ag、Zn等を含有することもできる。

【0045】磁石粉末の製造方法は、特に限定されず、例えば、溶解・鋳造により合金インゴットを作製し、この合金インゴットを適度な粒度に粉砕し(さらに分級し)て得られたもの、アモルファス合金を製造するのに用いる急冷薄帯製造装置で、リボン状の急冷薄片(微細な多結晶が集合)を製造し、この薄片(薄帯)を適度な粒度に粉砕し(さらに分級し)て得られたもの等、いずれでもよい。

【 0046】また、磁石粉末の平均粒径 D_1 は、特に限定されないが、 $0.5\sim50\,\mu\text{m}$ 程度が好ましく、 $1\sim30\,\mu\text{m}$ 程度がより好ましく、 $2\sim25\,\mu\text{m}$ 程度がさらに好ましい。

【 O O 4 7 】なお、粒径の測定方法の 1 例には、F. S. S. S. (Fischer Sub-Sieve Sizer) 法が挙げられるが、これに限定されない。

【0048】また、磁石粉末の粒径分布は、均一でも、ある程度分散されていてもよいが、後述するような少量の結合樹脂で成形時の良好な成形性を得るためには、磁石粉末の粒径分布は、ある程度分散されている (パラツキがある) のが好ましい。これにより、得られたボンド磁石の空孔率をより低減することもできる。なお、前記[4]の場合、混合する磁石粉末の組成毎に、その平均粒径が異なっていてもよい。

【0049】2. 結合樹脂 (バインダー)

結合樹脂(パインダー)としては、粉末状のもの(結合樹脂粉末)が用いられる。この結合樹脂としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂のいずれでもよい。一般に、結合樹脂として熱硬化性樹脂を用いた場合には、熱可塑性樹脂を用いた場合に比べ、磁石の空孔率が増大し易いが、後述するような条件の希土類ボンド磁石用組成物(コンパウンド)を用いて磁石を成形することにより、磁石の空孔率を低減することができる。

【0050】熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリアミド(例:ナイロン6、ナイロン46、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン612、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン6-12、ナイロン6-66)、熱可塑性ポリイミド、芳香族ポリエステル等の液晶ポリマー、ポリフェニレンオキシド、ポリフェニレンサルファイド、ポリエチレン、ポリプロピレン等のポリオレファイド、ポリエチレン、ポリカーボネート、ボリメチルメタクリレート、ポリエーテル、ポリアセタール等、ホルケトン、ポリエーテルイミド、ポリアセタール等、またはこれらを主とする共重合体、ブレンド体、ポリマ

アロイ等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0051】これらのうちでも、成形性の向上がより顕著であり、また機械的強度が強いことから、ポリアミド、耐熱性向上の点から、液晶ポリマー、ポリフェニレンサルファイドを主とするものが好ましい。また、これらの熱可塑性樹脂は、磁石粉末との混練性にも優れている。

【0052】熱硬化性樹脂としては、例えば、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、ポリエステル(不飽和ポリエステル)樹脂、ポリイミド樹脂、シリコーン樹脂、ポリウレタン樹脂等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0053】これらのうちでも、成形性の向上がより顕著であり、また機械的強度が強く、耐熱性に優れるという点から、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド樹脂、シリコーン樹脂が好ましく、エポキシ樹脂が特に好ましい。また、これらの熱硬化性樹脂は、磁石粉末との混練性、混練の均一性にも優れている。

【0054】なお、使用される熱硬化性樹脂(未硬化)は、室温で固形(粉末状)のものが好ましい。

【0055】結合樹脂粉末の平均粒径 D_2 は、10~200 μ m であるのが好ましく、 $10~100\mu$ m であるのがより好ましい。特に、ポリアミドに代表される熱可塑性樹脂による場合、平均粒径 D_2 は、 $10~100\mu$ m であるのが好ましく、 $10~80\mu$ m であるのがより好ましい。

【0056】以上のような結合樹脂粉末の希土類ボンド 磁石用組成物中での含有量は、1~10wt%程度であるのが好ましく、1~8wt%程度であるのがより好ましく、1~5wt%程度であるのがさらに好ましい。結合樹脂粉末の含有量が多過ぎると、磁気特性(特に磁気エネルギー積)の向上が図れず、また、結合樹脂粉末の含有量が少な過ぎると、成形性が低下し、極端な場合には成形が困難または不能となる。

【0057】3. 酸化防止剤

酸化防止剤は、後述する希土類ボンド磁石用組成物の混練の際等に、希土類磁石粉末の酸化劣化や結合樹脂の酸化による変質(希土類磁石粉末の金属成分が触媒として働くことにより生じる)を防止するために該組成物中に添加される添加剤である。この酸化防止剤の添加は、希土類磁石粉末の酸化を防止し、磁石の磁気特性の向上を図るのに寄与するとともに、希土類ボンド磁石用組成物の混練時、成形時における熱的安定性の向上に寄与し、少ない結合樹脂量で良好な成形性を確保する上で重要な役割を果たしている。

【0058】酸化防止剤としては、希土類磁石粉末等の酸化を防止または抑制し得るものであればいかなるものでもよく、例えば、アミン系化合物、アミノ酸系化合

物、ニトロカルボン酸類、ヒドラジン化合物、シアン化合物、硫化物等の、金属イオン、特にFe成分に対しキレート化合物を生成するキレート化剤が好適に使用される。なお、酸化防止剤の種類、組成等については、これらのものに限定されないことは言うまでもない。

【0059】このような酸化防止剤を添加する場合、希土類ボンド磁石用組成物中の酸化防止剤の添加量は、0.1~2wt%程度とするのが好ましく、0.5~1.5wt%程度とするのがより好ましい。この場合、酸化防止剤の添加量は、結合樹脂の添加量に対し2~150%程度であるのが好ましく、30~100%程度であるのがより好ましい。

【0060】なお、本発明では、酸化防止剤の添加量は、前記範囲の下限値以下であってもよく、また、無添加であってもよいことは、言うまでもない。

【0061】このような酸化防止剤は、希土類ボンド磁石用組成物の混練時や成形時等の中間工程において揮発したり、変質したりするので、製造された希土類ボンド磁石中には、その一部が残留した状態で存在している。従って、希土類ボンド磁石中の酸化防止剤の含有量は、希土類ボンド磁石用組成物中の酸化防止剤の添加量に対し、例えば10~90%程度、特に20~80%程度と

0. $0.2 \le (D_2 \rho_2) / (D_1 \rho_1) \le 2.0$

また、下記式(II)を満足するものであるのがより好ましく、下記式(III)を満足するものであるのがさらに

- 0. $0.2 \le (D_2 \rho_2) / (D_1 \rho_1) \le 10$
- 0. $0.3 \le (D_2 \rho_2) / (D_1 \rho_1) \le 1.0$

このような条件を満足する場合には、空孔率が低く、また優れた磁気特性の希土類ボンド磁石が得られる。すなわち、(D2 ρ2)/(D1 ρ1)が前記下限値未満、換言すれば密度の高い磁石粉末の粒度が大きく、密度の小さい樹脂粉末の粒度が小さくなると、混合時にこの2種の粉末が分離した状態となり、樹脂粉末は浮遊しやすくなるため均一に分散させることが困難となる。この結果、混合物の分散状態に不均一が生じ、混練時の混練トルクの変動が大きくなり、混練を行うことが困難となる。また混練物も不均一となるため、これを用いた時の成形性や密度、機械的強度等の成形品特性のばらつきが大きくなる。また、磁石粉末が大きすぎると成形時のお材性が低下し、成形品の空孔率は増加する。樹脂粉末が小さくなると樹脂特性が低下し、機械的強度の低下が生じる。

【0067】(D2 ρ2) / (D1 ρ1) が前記上限値より大きい時、換言すれば磁石粉末の粒度が小さく、樹脂粉末の粒度が非常に大きい場合には、粒度差が大きくなることによる分散性の低下が生じる。希土類ボンド磁石の場合、樹脂成分は磁石粉末に比べ、非常に少量であり、この傾向は磁石の磁気性能を上げるほど顕著になる。粒度の大きな樹脂粉末が少量しかない場合、磁石粉末間に樹脂成分を均一に分散させるのは困難となる。こ

なる。

【0062】4. その他の添加剤

また、希土類ボンド磁石用組成物には、必要に応じ、例えば、可塑剤(例えば、ステアリン酸亜鉛等の脂肪酸塩、脂肪酸)、潤滑剤(例えば、シリコーンオイル、各種ワックス、脂肪酸、アルミナ、シリカ、チタニア等の各種無機潤滑剤)、硬化剤、硬化促進剤、その他成形助剤等の各種添加剤を添加することができる。

【0063】可塑剤の添加は、成形時の流動性を向上させるので、より少ない結合樹脂の添加量で同様の特性を得ることができ、また、より低い成形圧で圧縮成形することを可能とする。潤滑剤の添加についても同様である。可塑剤の添加量は、0.01~0.2 wt%程度であるのが好ましく、潤滑剤の添加量は、0.05~0.5 wt%程度であるのが好ましい。

【0064】さて、以上のような希土類ボンド磁石用組成物では、希土類磁石粉末の平均粒径を D_1 [μ m]、密度を ρ_1 [g/cm³]とし、結合樹脂粉末の平均粒径を D_2 [μ m]、密度を ρ_2 [g/cm³] としたとき、下記式(I) を満足するものである。

[0065]

) ≦20 ···(I) 好ましい。

[0066]

) ≦ 1 0 · · · (II)

) ≦ 1 0 · · · (III)

の結果下限値未満の時と同様、混練性の低下や混練物の 成形性や成形品の特性の低下が生じる。

【0068】本発明の希土類ボンド磁石用組成物は、前述した希土類磁石粉末と、熱可塑性樹脂または熱硬化性樹脂と、必要に応じ添加される酸化防止剤等の添加剤とを混合した混合物または該混合物を混練してなるものである。

【0069】この場合、前記混合は、例えば、ヘンシェルミキサー、V型混合機等の混合機や撹拌機を用いて行われる。また、混合物の混練は、例えば、2軸押出混練機、ロール式混練機、ニーダー等の混練機を用いて行われる。

【0070】また、混合物の混練は、用いる結合樹脂の軟化温度(軟化点またはガラス転移点)以上の温度で行われるのが好ましい。これにより、混練の効率が向上し、常温で混練する場合に比べてより短時間で均一に混練することができるとともに、結合樹脂の粘度が下がった状態で混練されるので、希土類磁石粉末の周囲を結合樹脂が覆うような状態となり、希土類ボンド磁石用組成物中およびそれより製造された磁石中の空孔率の減少に寄与する。

【0071】なお、混練に伴う材料自体の発熱等により、混練温度は変化し易いので、例えば加温・冷却手段

を備え、温度制御が可能な混練機を用いて混練するのが 好ましい。

【0072】また、希土類ボンド磁石用組成物(混練物の場合)の密度は、理論密度(組成物中の空孔を0としたときの密度)の80%以上であるのが好ましく、85%以上であるのがより好ましい。また、希土類ボンド磁石用組成物(混練物の場合)の密度は、希土類磁石粉末の密度の60%以上であるのが好ましく、70%以上であるのがより好ましい。希土類ボンド磁石用組成物の密度がこのような範囲であると、成形圧をより低くすることができる。

【0073】また、本発明の希土類ポンド磁石用組成物は、さらにペレット化されたものであってもよい。

【0074】次に、本発明の希土類ポンド磁石の製造方法について説明する。本発明の希土類ポンド磁石の製造方法は、前述した希土類ポンド磁石用組成物を製造し、この組成物を用いて、例えば圧縮成形法、押出成形法または射出成形法により磁石形状に成形することにより行われる。これらの成形法のうちでは圧縮成形法が最適であり、以下、代表的に圧縮成形法による製造方法について説明する。

【0075】前述した希土類ボンド磁石用組成物(コンパウンド)を製造し、この組成物を圧縮成形機の金型内に充填し、磁場中(配向磁場が例えば5~20k0e、配向方向は、縦、横、ラジアル方向のいずれも可)または無磁場中で圧縮成形する。

【0076】この圧縮成形は、冷間成形(常温付近での成形)、温間成形のいずれでもよいが、好ましくは温間成形とされる。すなわち、成形金型を加熱する等により、成形時の材料温度が用いる結合樹脂の軟化温度以上の温度となるようにするのが好ましい。

【0077】このような温間成形とすることにより、金型内での成形材料の流動性が向上し、低い成形圧で、寸法精度のよい成形をすることができる。すなわち、好ましくは50kgf/mm²以下、より好ましくは35kgf/mm²以下、さらに好ましくは20kgf/mm²以下の成形圧で成形(賦形)することができ、成形への負荷が少なく、成形が容易となるとともに、リング状、平板状、湾曲板状等の薄肉部を有する形状のものや長尺なものでも、良好かつ安定した形状、寸法のものを量産することができる。

【0078】また、温間成形とすることにより、前述したような低い成形圧でも、得られた磁石の空孔率を後述するように低くすることができる。

【0079】さらに、温間成形とすることにより、金型内での成形材料の流動性が向上し、磁気配向性が向上するとともに、成形時における希土類磁石粉末の保磁力の低下により、磁場中成形の場合、見かけ上高い磁場をかけたものとなるので、配向方向にかかわらず、磁気特性を向上することができる。

【0080】このようにして圧縮成形した後、成形金型から除材して、希土類ポンド磁石を得る。

【0081】結合樹脂粉末が熱硬化性樹脂よりなる場合、圧縮成形された成形体を、その熱硬化性樹脂の硬化温度以上の温度に加熱して硬化させる。これにより、希土類ボンド磁石が完成する。この熱硬化性樹脂の硬化は、成形金型から取り出された成形体に熱処理を施す方法、成形金型での圧縮成形後、そのまま金型温度を上昇させる方法のいずれの方法により行ってもよい。

【0082】次に、本発明の希土類ボンド磁石について 説明する。本発明の希土類ボンド磁石は、前述した希土 類ボンド磁石用組成物を用い、好ましくは前述した希土 類ボンド磁石の製造方法によって製造されるものであ る。

【0083】このような本発明の希土類ボンド磁石において、空孔率は、2.8 vol%以下であるのが好ましく、2.4 vol%以下であるのがより好ましく、2.0 vol%以下であるのがさらに好ましい。空孔率が2.8 vol%を超えると、磁石粉末の組成、結合樹脂の組成、含有量等の他の条件によっては、磁石の機械的強度および耐食性が低下するおそれがある。

【0084】このような本発明の希土類ボンド磁石は、 磁石粉末の組成、磁石粉末の含有量の多さ等から、等方 性磁石であっても、優れた磁気特性を有する。

【0085】すなわち、本発明の希土類ボンド磁石は、無磁場中で成形されたものの場合、磁気エネルギー積(BH)max が4.5MGOe以上であるのが好ましく、6MGOe以上であるのがより好ましい。また、磁場中で成形されたものの場合、磁気エネルギー積(BH)max が10MGOe以上であるのが好ましく、12MGOe以上であるのがより好ましい。

【0086】なお、本発明の希土類ボンド磁石の形状、 寸法等は特に限定されず、例えば、形状に関しては、例 えば、円柱状、角柱状、円筒状、円弧状、平板状、湾曲 板状等のあらゆる形状のものが可能であり、その大きさ も、大型のものから超小型のものまであらゆる大きさの ものが可能である。

[0087]

【実施例】以下、本発明の具体的実施例について説明する。

【0088】(実施例1~16、比較例1~4)下記組成①、②、③、④、⑤、⑥、⑦の7種の希土類磁石粉末と、下記A、B、C、D、E、Fの6種の結合樹脂粉末と、ヒドラジン系酸化防止剤と、潤滑剤として脂肪酸と、可塑剤として金属せっけんとを用意し、これらを下記表1に示す所定の組み合わせおよび量で混合した。

【0089】このとき、酸化防止剤、潤滑剤、可塑剤は それが固体状のときには、各実施例の樹脂の粒径と同等 の粒径に粒度調整を行った。

·【0090】また、それぞれについて、希土類磁石粉末。

の平均粒径D₁、密度ρ₁、結合樹脂粉末の平均粒径D₂、密度ρ₂に関する値を下記表2、表3に示す。

【0091】なお、これらは、F.S.S.S. 法により測定した。また、数種類の磁粉を混合したときの密度 ρ 、平均粒径Dは粉末の重量比、すなわち、下記式から算出した。

【OO92】 ρ (A+B+C) $=\rho_A \cdot x + \rho_B \cdot y + \rho_C \cdot z$ D (A+B+C) $= D_A \cdot x + D_B \cdot y + D_C \cdot z$ 但し、上記式中、 $\rho_A \cdot \rho_B \cdot \rho_C$ は、それぞれ磁粉A、B、Cの密度、 $D_A \cdot D_B \cdot D_C$ は、それぞれ磁粉A、B、Cの平均粒径、 $x \cdot y \cdot z$ は、それぞれ 磁粉A、B、Cの重量比であり、x + y + z = 1 である。

【0093】①急冷Nd₁₂Fe₇₈Co₄ B₆ 粉末 ②急冷Nd₈ Pr₄ Fe₈₂B₆ 粉末

③急冷Nd12Fe82B6 粉末

④Sm (Co0.604 Cu0.06Fe0.32Zr0.016)8.0 粉

⑤Sm2 Fe17N3 粉末

⑥HDDR法による異方性Nd13Fe69Co11B6 Ga 1 粉末

⑦ナノ結晶Nd5.5 Fe66B18.5Co5 Cr5 粉末 熱可塑性樹脂:

A. ポリアミド (ナイロン12) (熱変形温度:145 °C、融点175°C)

B. 液晶ポリマー (熱変形温度:180℃、融点280℃)

C. ポリフェニレンサルファイド (PPS) (熱変形温度:260℃、融点280℃)

熱硬化性樹脂:

D. エポキシ樹脂(軟化温度:80℃、硬化温度:12 0℃以上)

E. エポキシ樹脂(軟化温度:室温以下、硬化温度:1 OO℃以上)

F. ポリイミド樹脂 (軟化温度:95℃、硬化温度:180℃以上)

[0094].

【表 1 】

	組 成 [vt%]	組 成 [vt%]
実施例は	磁粉① : 95.0 樹脂A : 4.5 酸化防止剤: 0.5	実施例11 磁粉④ : 36.6 磁粉⑤ : 24.3 磁粉⑥ : 36.6 樹脂E : 2.4
実施例 2	磁粉② : 96.0 樹脂A : 3.0 酸化防止剤: 1.0	海清剤 : 0.1 実施例12 超粉④ : 99.0 樹脂子 : 1.0
実施例3	磁粉④ : 95.00 樹脂A : 4.95 洞清剤 : 0.05	実施例13 磁粉② : 94.5 樹脂A : 3.2
実施例 4	磁粉(5) : 94.0.0 樹脂B : 5.09	酸化防止剂: 2.0 潤滑剤 : 0.3
· .	酸化防止剂: 0.80 酒滑剂 : 0.10 可塑剂 : 0.01	実施例14 磁粉① : 95.0 樹脂A : 4.0 酸化防止剂: 1.0
実施例 5	磁粉(6) : 97.0 樹脂A : 1.5 酸化防止剤: 1.4 潤滑剤 : 0.1	実施例15 磁粉③ : 90.0 付据A : 9.7 被化防止剂: 0.1 可塑剂 : 0.2
実施例 6	磁粉⑦ : 97.5 樹脂A : 1.3 酸化防止剤: 1.2	実施例15 磁粉④ : 92.0 樹脂C : 7.5 可塑剤 : 0.5
実施例7	磁粉④ : 72.00 磁粉⑤ : 24.00 樹脂A : 2.70 酸化防止剤: 1.20	比較例 1 磁份② : 95.0 份 樹脂A : 4.5 酸化防止剂: 0.5
	測滑剤 : 0.05 可塑剤 : 0.05	比較例2 磁份⑤ : 96.0 樹脂B : 3.0 酸化防止剤: 0.8 種份剤 : 0.2
実施例8	磁粉④ : 98.0 樹脂日 : 1.0 酸化防止剤: 1.0	上較例3 磁粉④ : 96. O
実施例 9	融物金 : 66.5 磁物面 : 29.0 樹脂C : 2.9	樹脂C : 2.8 酸化防止剤: 1.0 潤滑剤 : 0.1 可塑剤 : 0.1
	酸化防止剂: 1.4 潤滑剤 : 0.2	比較例4 磁粉⑤ : 97.00 樹脂D : 2.40
実施例10	磁粉④ : 98.5 樹脂D : 1.3 酸化防止剤: 0.2	酸化防止剤: 0.50 潤滑剤 : 0.05 可塑剤 : 0.05

	磁石	粉末	結合樹	脂粉末		
	平均粒径D, [μm]	密度 Pi 【g/cm³】	平均粒径D:	密度 ρ : , [g/cm²]	D: P:	
実施例1	50	7. 5	1 0	1.02	0.03	
実施例2	2 5	7. 5	3 0	1.02	0.16	
実施例3	50	8. 5	1 0	1.02	0.02	
実施例4	1	7. 6	100	1.4	18.42	
実施例5	30	7.6	5 0	1.02	0. 22	
実施例6	2 5	7. 5	80	1.02	0.44	
実施例7	1 2	8. 3	75	1.02	0.77	
実施例8	1 0	8.5	e ó	1.4	0.99	
実施例 9	7	8. 2	100	1.36	2.37	
実施例10	7	8.5	100	1.2	2.02	

表3へ続く

[0096]

【表3】

	磁石	粉末	結合樹	脂粉末	
	平均粒径D: [μm]	密度 p : [g/cm²]	平均粒径D: [μ■]	密度 p : [g/cm²]	$\frac{D_{1} \cdot \rho_{1}}{D_{1} \cdot \rho_{1}}$
実施例11	1 0	7. 9	100	1.2	1.52
実施例12	1.7	7. 6	90	1.4	9.75
実施例13	6	7. 5	200	1.02	4.53
実施例14	8	7. 6	150	1.02	2.55
実施例15	5	7. 5	200	í. 02	5.44
実施例16	.5	8. 5	100	1.36	3.20
比較例1	80	7. 5	2	1.02	0.005
比較例2	80	8.5	5	1.4	0.01
比較例3	3	8.5	500	1.36	26.67
比較例4	2	7.6	500	1.2	39.47

【0097】次に、表1に示す組成の各混合物をスクリュー式混練機(装置a)またはニーダー(装置b)を用いて十分に混練し、希土類ポンド磁石用組成物(コンパウンド)を得た。このときの混練条件を下記表4、表5に示す。なお、コンパウンドの密度は、いずれも、理論密度の85%以上、磁石粉末の70%以上を達成していた。

【0098】次に、前記コンパウンドを用い、プレス成形機により磁場中または無磁場中で圧縮成形し、除材して、所望形状の希土類ボンド磁石を得た。結合樹脂として熱硬化性樹脂を用いた場合には、温度120~250℃、硬化時間30~300分の条件で硬化させて、希土類ボンド磁石を得た。

【0099】なお、実施例13、14では、前記コンパウンドを用いて押出成形機により押出成形し、実施例15、16では、前記コンパウンドを用いて射出成形機に

より射出成形し、以下同様にして希土類ボンド磁石を得た。

【0100】このときの成形条件を下記表4、表5に併せて示す。また、得られた磁石の形状、寸法、組成、外観(目視観察)、諸特性を下記表6、表7、表8、表9に示す。

【0101】なお、表6~表9中の機械的強度は、別途に外径15mm、高さ3mmの試験片を無磁場中で、表4、表5に示す条件で成形し、この試験片を用い剪断打ち抜き法により評価した。

【0102】また、表6~表9中の耐食性は、得られた 希土類ボンド磁石に対し、恒温恒湿槽により80℃、9 0%RHの条件で加速試験を行い、錆びの発生までの時間 により、◎、〇、△、×の4段階で評価した。

[0103]

【表4】

		混練条件	‡		成 形	条件	
	装置	混練温度 [℃]	混練時間 [nin]	成形方法	金型内の材料 温度 [で]	成形圧力 [kgf/mm²]	配向磁場 [kOe]
実施例 1	8	150~250	15	圧縮成形	220	10	無磁場中
実施例2	a	150~250	10	圧縮成形	· 230	10	無磁場中
実施例3	8	150~250	20	圧縮成形	250	20	15
実施例 4	8	150~350	15	圧糖成形	290	20	1 2
実施例5	a	150~250	15	圧縮成形	200	35	2 0
実施例 6	B.	150~250	2 5	圧縮成形	210	30	無磁場中.
実施例 7	ė.	1,50~250	20	圧縮成形	220	20	15
実施例8	a	150~350	15	圧縮成形	320	1 5	1 5
実施例 9	a	200~350	10	圧縮成形	300	15	15
実施例10	ь	50~120	20	圧縮成形	120	40	15

表5へ続く

[0104]

【表 5 】

				(40.0)				
		混 棣 条 代	‡	成形条件				
	装置	混練温度 [℃]	涅練時間 【min 】	成形方法	金型内の材料 温度 [で]	成形圧力 [kgf/m²]	配向磁場 [k0e]	
実施例11	ъ	15~ 50	3 0	压箱成形	室温	50	15	
実施例12	ъ	150~250	15	圧縮成形	200	50	1.5	
実施例13	a	150~250	15	押出成形	230	-	無磁場中	
実施例14	e	150~250	1 5	押出成形	230	-	無磁場中	
実施例15	a	150~250	20	射出成形	260	_	無磁場中	
実施例16	a	200~350	20	射出成形	320	-	15	
比較例1	b	150~250	2 0	圧縮成形	230	20	無磁場中	
比較例2	8.	150~350	20	圧縮成形	300	20	15	
比較例3	a	200~350	1 0	圧縮成形	320	20	15	
比較例4	Δ	50~120	15	圧縮成形	120	35	15	

注)押出成形の材料温度は加熱温度 射出成形の材料温度は射出時の温度を示す。

[0105]

【表6】

:	版	[吨]	磁石組成 [vt%]	磁気エネルギー後 (BE) max [MGOe]	密度ρ [g/cm²]	空孔率 [%]	外観	機械的效度 [kgf/m²]	耐食性
実施例 1	円筒状	外径: 10.0 肉厚: 2.0 高さ: 10.0	班份① : 95.4 樹脂A : 4.5 酸化防止剂: 0.1	8. 8	5. 83	0. I	良 好	7. 92	0
実施例2	円筒状	外径: 8.0 肉厚: 1.5 高さ: 7.0	磁物② : 96.5 樹脂A : 3.0 酸化防止剤: 0.5	. 10. 5	6. 16	0. 4	良好	8. 02	0
実施例3	円向状	外径: 30.0 肉厚: 1.0 高さ: 5.0	磁粉④ : 95.0 樹脂A : 5.0 森滑剤 : 微量	12. 1	6. 21	0. 2	良好	7. 51	0
実施例4	円向状	外径: 15.0 肉厚: 1.2 高さ: 4.0	磁粉5 : 94.2 樹脂B : 5.1 酸化防止剂: 0.7 潤滑剤・可填剤:数量	18.2	5. 90	1. 7	良好	9. 25	0
実施例5	円筒状	外径: 50.0 肉厚: 1.0 高さ: 5.0	磁粉⑤ : 97.5 樹脂A : 1.5 酸化防止剂: 1.0 潤滑剤・可愛剤:微量	1 -	6. 50	0. 6	良好	8. 05	0

表7へ続く

[0106]

【表7】

1001										
	磁石 形状	型石寸法 [m]	磁石組成 [vt%]	出気エネルギー積 (BH)max [MG0e]	密度 p [g/ca ^a]	空(率	外觀	提協的强度 [kg1/m³]	耐食性	
実施例8	直方体	幅: 15.0 奥行: 12.0 高さ: 3.0	樹脂A : 1.3	10.4	6. 56	0.8	良好	7. 48	0	
実施例7	円筒状	外径: 25.0 肉厚: 0.7 高さ: 6.0	超粉质 : 24.1	18. 5	6. 56	0. 2	良好	7. 61	0	
実施例8	円筒状	外径: 40:0 肉厚: 1.5 高さ: 8.0	樹脂B : 1.0	18. 8	.7. 48	2. 3	良好	8. 91	0.	
実施例9	円筒状	外径: 27.0 肉厚: 0.9 高さ: 4.5	服物® : 28.8	17. 1	6. 58	2. 5	良好	9. 10	0	
実施例10	円柱状	外径: 15.0 高さ: 5.0		20. 5	7. 69	2. 4	良好	4. 73	0	

表8へ続く

[0107]

【表8】

	퐶	磁石寸法 [m]		磁石組成 [vt%]	磁気エネルギー積 (BH) max D/GOe)	密度 p (g/cm²)	空孔率 〔%〕	外腹	機械的強度 [kgf/m²]	耐食性
実施例11	曲板状	肉厚: 1 角度: 90	. 0 . 1 . 0 . 0	磁例 : 35.6 电例 : 24.4 低例 : 36.6 例服 : 2.4 理情剂 : 数量	19. 3	6.83	l. 9	良 好.	4. 91	0
実施例12	立方体	高さ: 10	0	班粉④ : 99.0 樹脂F : 1.0	21. 0	7.88	2. 8	良好	4. 51	Ö
实施例13	円筒状		. 0	磁粉③ : 95.2 樹脂A : 3.2 酸化防止剤: 1.6 潤滑剂 : 養量	6. 0	5. 75	1. 2	良好	7. 76	0
実施例14	円筒状		. 0 . 5 . 0	組物① : 95.3 樹脂A : 4.0 酸化防止剤: 0.7	8. 1	5. 80	ó. 4	臭好	7.86	0
実施例16	円筒状	肉厚; 1	. 0	磁物② : 90.3 樹脂A : 9.7 酸化防止剤:微量 可塑剤 : 微量	4. 5	4. 59	1. 5	良好	7. 10	.0
実施例16	円筒状	外径: 20 肉厚: 0 高さ: 3		磁粉④ : 92.4 樹脂C : 7.5 可塑剤 : 0.1	10. 0	6. 03	0. 5	良好	7. 23	0

表9へ続く

[0108]

【表9】

	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			13401					
	磁石 形状	磁石寸法 [☎]	磁石組成 [vt%]	形式エネルギー機 (EE) mex (MGOe)	密度 p [g/cm²]	空孔率 [%]	外観	機械的強度 [kgf/m²]	耐食性
比較例1	円柱状	外径: 10.0 高さ: 7.0	磁份 : 95. 2 謝脂A : 4. 5 酸化防止剤: 0. 3	5. 7	5. 24	9. 4	不良(表面祖)	3.79 (此分表大)	×
比較例2	円柱状	外径: 10.0 高さ: 7.0	磁防© : 96.4 樹脂B : 3.0 瞳化防止剤: 0.6 潤滑剤 : 微量	11. 7	5. 7	11.9	不 良 (表面祖)	3.94 (的冷大)	Δ
比較例3	円筒状	外径: 20.0 肉厚: 1.0 高さ: 5.0	破税争 : 96.5 樹脂C : 2.8 酸化防止剤: 0.7 潤滑剤・可塑剤:微量	建 定不可	-	-	不 良 (表面租)	彻定不可	Δ
比較例4	円筒状	<u>-</u>	-		混鍊不	良につき、	成形不可	L	

【0109】上記各表に示すように、実施例1~16の 希土類ボンド磁石は、いずれも、空孔率が低く、成形 性、磁気特性(最大磁気エネルギー積)、耐食性に優れ、機械的強度も高いものであることが確認された。また、これらの希土類ボンド磁石は、いずれも、形状が安定しており、寸法精度が高いものであった。

【0110】圧縮成形による実施例10~12では、5 Okgf/mm²以下の低い成形圧でこのような特性の希土類ボンド磁石が得られ、特に温間成形による実施例1~9では更に低い35kgf/mm²以下の成形圧でこのような特性の希土類ボンド磁石が得られた。実施例13~16では、複雑な形状のものでも、優れた成形性および寸法精度で製造できることが確認された。

【0111】これに対し、比較例1、2の希土類ボンド磁石は、得られた磁石中の空孔率が高く、そのため、機械的強度が低く、耐食性および磁気特性が劣るものであった。また、成形された磁石に、片薄(肉厚、高さ等の寸法にバラツキが生じる現象)が生じ、寸法精度が低いものであった。

【 0 1 1 2 】また、比較例 3 では、磁石粉末に比べ樹脂粉末の粒度が大きすぎるため、磁石粉末と樹脂粉末の分散が不十分となり、均一な成形品を得ることが困難であった。また、成形品の空孔率が非常に高くなり、樹脂成分による磁石粉末の結合力が小さいため、かろうじて成形体を得ることができたものの、強度が小さく、表面の粉末が脱落していくため、密度測定や磁気性能測定を行うことができなかった。

【0113】また、比較例4では、磁石粉末と樹脂粉末の分散不良から、混練時の混練トルク変動が非常に大きくなるために、混練中に混練トルクオーバーとなって混練を行うことができなかった。

[0114]

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、成形性に優れ、空孔率が低く、耐食性に優れ、機械的強度 および寸法精度が高く、磁気特性に優れた希土類ポンド 磁石を提供することができる。また、圧縮成形により製造する場合、低い成形圧で、このような特性の磁石を得ることができ、製造上有利となる。

【0115】特に、用いる結合樹脂の軟化温度以上の温度で混練してなる希土類ポンド磁石用組成物の場合や、

温間成形により成形した場合には、それらとの相乗効果 により、前記効果がより顕著に発現する。